

Cara uji kimia niobium dalam baja

Pendahuluan

Standar cara uji kimia Niobium (Nb) dalam baja ini telah dibahas dalam Rapat Teknis Pra Konsensus tanggal 7 Januari 1997 dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada tanggal 7 Maret 1997 di Hotel Wisata Jakarta.

Hadir dalam Rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari Produsen, Konsumen, Lembaga Ilmu Pengetahuan dan Lembaga Penelitian serta Instansi Pemerintah yang terkait.

Daftar Isi

Halaman

Pendahuluan i

Daftar isi ii

1. Ruang lingkup 1

2. Acuan 1

3. Cara pengambilan contoh 1

4. Cara uji 1

Cara uji kimia niobium dalam baja

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh uji dan cara uji kimia niobium dalam baja.

2. A c u a n

- ATM 03.06 E 50-1995, *Standard Practices for apparatus, Reagen and Safety Precaution for Chemical Analysis of Metal*
- ATM 03.05 E 59-1995, *Standards Practices for Sampling Steel and Iron for Determination of Chemical*
- ASTM E 30 - 1982, *Standard Methods for Chemical Analysis of steel, Cast Iron, Open Heart Iron, and Wrought Iron*

3. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh uji sesuai dengan SNI 07-0812 - 1989, Logam paduan besi untuk penetapan komposisi kimia, cara pengambilan contoh uji.

4. Cara uji

Cara uji kadar Niobium menggunakan Hidrolis campuran asam Perklorat dan Asam Sulfat mengandung wolfram dengan batas konsentrasi 0,002 - 0,05 %.

4.1 Prinsip

Niobium dihidrolisis menghasilkan dengan campuran asam Perklorat-asam Sulfit, endapan yang mengandung campuran Niobium dioksida, tantalik oksid, SiO_2 dan oksida lain.

Silika dihilangkan dengan penambahan HF. Endapan disaring dan dibakar pada suhu 1000 - 1050°C, timbang residu yang didapat masih tercampur tantalum. Untuk memisahkan Niobium dan tambahkan residu direaksikan dengan TiO_2 dan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, kemudian dilarutkan dengan Asam Sulfat-Asam Suksinat, dan direduksi menggunakan residu john. Kemudian dititrasi oleh larutan KMnO_4 standar.

4.2.1 Larutan pencuci Ammonium klorida, NH_4Cl 20 g/l

Larutkan 20 g NH_4Cl ke dalam air, tambahkan 1 ml NH_4OH , dan encerkan sampai 1 L.

4.2.2 Larutan Ferri Phosphat

Larutkan 100 g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ dalam 1 L air yang mengandung 150 mL H_3PO_4 (85%) dan 20 mL H_2SO_4 (1 + 1), tambahkan larutan KMnO_4 (25 g/L) sampai larutan berwarna merah muda, sebagai tambahan larutan KMnO_4 .

4.2.3 Larutan standar kalium permanganat (0,05 N)

4.2.3.1 Pembuatan

Larutkan 1,6 g kalium permanganat (KMnO_4) dalam 1 L air. Biarkan dalam tempat gelap selama 2 minggu. Saring tanpa pencucian, gunakan cawan Gooch atau cawan gelas berpori halus. Hindari kontak dengan karet atau bahan organik lainnya. Simpan di dalam botol gelas berwarna gelap.

4.2.3.2 Standardisasi

Keringkan Natrium OksalatPA pada suhu 105°C . Pindahkan 0,1500 g Natrium Oksalat ke dalam gelas kimia 600 mL. Tambahkan 250 mL H_2SO_4 (5 + 95), segera dididihkan selama 10-15 menit dan kemudian dinginkan sampai $27^\circ \pm 3^\circ\text{C}$, aduk sampai oksalat sampai larut. Tambahkan 39-40 mL larutan KMnO_4 (catatan 10), pada kecepatan 25 - 35 mL/menit, sambil diaduk pelan-pelan. Biarkan sampai warna merah muda menghilang (sekitar 45 detik) (catatan 11). Panaskan pada $55 - 60^\circ\text{C}$ sempurnakan titrasi dengan penambahan larutan KMnO_4 sampai warna merah muda lemah yang tidak berubah selama 30 detik. Tambahkan lagi 0,5-1 mL tetes demi tetes, biarkan tiap-tiap tetes menghilang warnanya sebelum ditambahkan tetesan berikutnya. Untuk penentuan blangko : Titrasi 250 mL H_2SO_4 (5 : 95), perlakukan seperti diatas. Larutan sampai warna merah muda lemah. Koreksi blangko pada umumnya setara dengan $0,03 \times 0,05$ ml.

Catatan 1 :

0,1500 g bagian Natrium Oksalat memerlukan 44,77 mL Larutan KMnO_4 (0,5 N).

Catatan 2 :

Jika larutan KMnO_4 terlalu kuat, warna merah muda tidak akan hilang pada saat ini, ulangi lagi, tambahkan beberapa mL kelebihan dari larutan KMnO_4 .

4.2.4 Larutan campuran asam sulfat-asam suksinat

Larutkan 5 g asam suksinat dalam 500 ml H_2SO_4 (1 : 4). Tambahkan KMnO_4 sampai berwarna merah muda tambah sedikit berlebih.

4.2.5 Asam sulfit, H_2SO_3 (6%)

4.2.6 Asam nitrat, HNO_3 (Bj 1,42)

4.2.7 Asam perklorat, HClO_4 (Bj 1,67)

4.2.8 Larutan orthoohenanthroline kompleks ferro (0,025 M)

Larutkan 1,485 g 1,10-phenanthroline monohidrat dalam 100 mL larutan ferro sulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (0,025 M). Pembuatan larutan ferro sulfat.

Larutan 6,95 g ferri sulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dalam 500 ml air dan encerkan sampai 1 L.

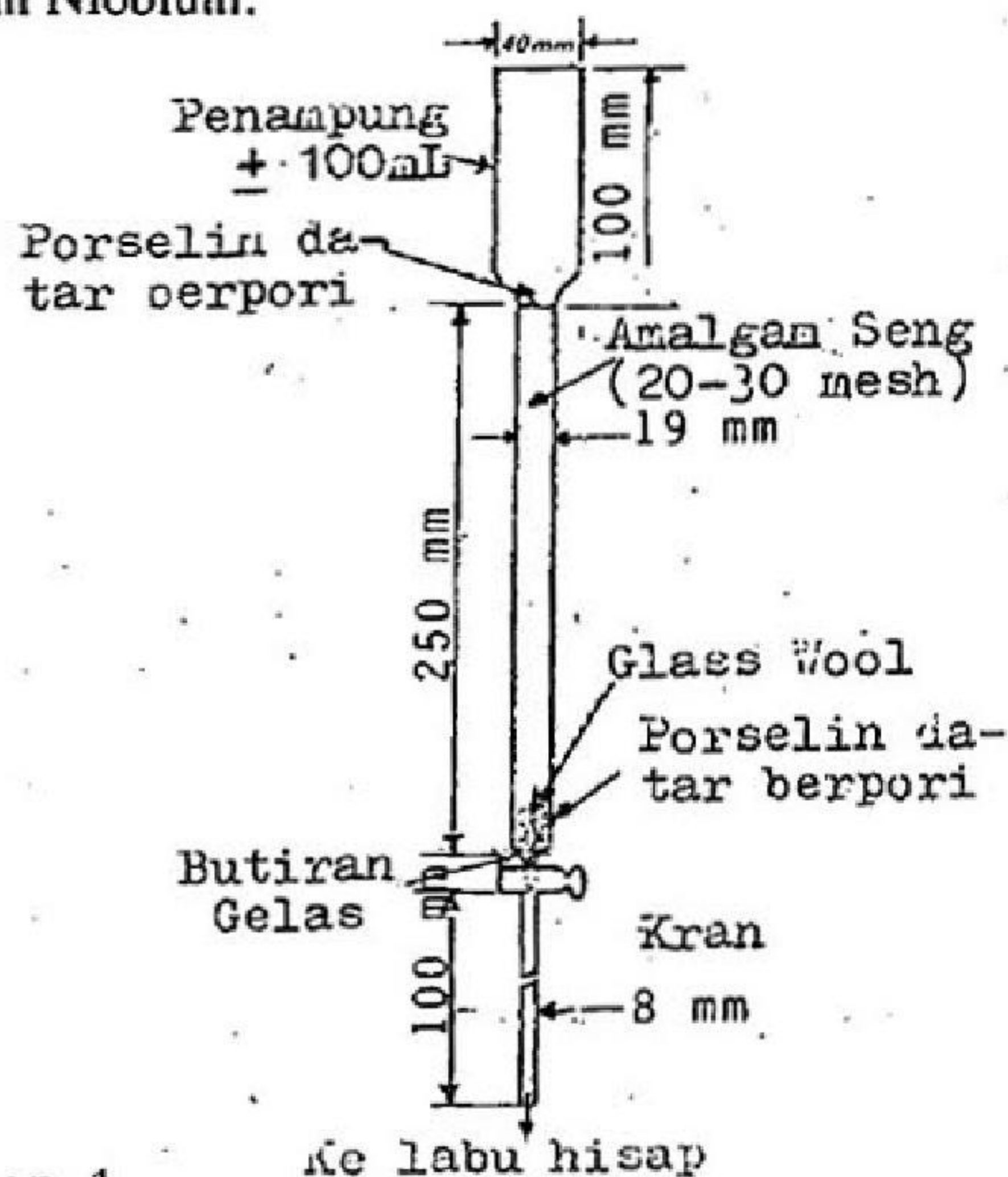
4.2.9 Asam klorida, HCl (Bj 1,19)

4.3 Peralatan

4.3.1 Reduktor Jones, Gambar 1

Pembuatan Reduktor Jones

Reduktor Jones dengan ini terdiri dari kolom berdiameter 19 mm dan panjangnya 250 mm, berisi amalgam seng ukuran 20 seng sampai 30 mesh. Untuk mengamal gamkan seng rendam 800 g seng (bebas besi) dengan 400 ml larutan HgCl_2 (25 g/L) dalam labu 1 L selama 2 menit. Cuci beberapa kali dengan H_2SO_4 (2 + 98), kemudian cuci dengan air. Reduktor, bila tidak digunakan, harus selalu dijaga tetap terendam dengan air suling dari bawah sampai puncak seng. Ketika reduktor akan digunakan untuk penentuan Niobium bila reduktor akan digunakan dalam baja, kolom sekurangnya harus berdiameter 19 mm dan 160 mm panjangnya 760 mm. Satu kolom cukup untuk enam penentuan Niobium.



Gambar 1

4.3.2 Peralatan gelas

4.3.3 Cawan platina

4.3.4 Pemanas

4.3.5 Tungku pembakar

4.3.6 Neraca analitik

4.4 Prosedur

4.4.1 Pindahkan 2,5 g contoh ke dalam gelas kimia 400 ml, tambahkan 25 mL HCl dan 5 mL HNO_3 , tutup gelas kimia, dan panaskan perlahan sampai reaksi selesai dan hanya karbida-karbida dari Niobium dan unsur-unsur lain yang tidak larut. Tambahkan 30 mL HClO_4 dan uapkan sampai keluar asap putih. Tutup gelas kimia dan selanjutnya didihkan sedikitnya 10 menit, panaskan dengan cara demikian hingga terefluks pada sisi gelas kimia. Dinginkan sebentar, kemudian tambahkan 175 ml air, 50 mL H_2SO_3 dan sedikit bubuk kertas bebas abu. Didihkan larutan 10 menit untuk menghidrolisis Niobium, dan kemudian digest pada 65-70°C kira-kira 15 menit. Saring larutan dengan kertas saring kasar 11 cm yang mengandung bubuk kertas bebas abu. Cuci gelas kimia dengan HCl (1 : 49) dan gosok dengan kertas saring yang dibasahi dengan HCl (1 : 49). Tambahkan kertas kesaringan dan cuci residu dan kertas dengan HCl (1 : 49) sampai bebas HClO_4 (12 sampai 15 kali pencucian).

4.4.2 Pindahkan endapan dan kertas ke dalam 50 mL cawan platina atau pinggan platina 50 ml, arangkan kertas, dan pijarkan. Residu mengandung Niobic dan tanta oksida terkotori oleh SiO_2 dan oksida-oksida lainnya.

4.4.3 Ke dalam residu dalam cawan platina (4.4.2) tambahkan 3 sampai 5 mL HF, 2 mL HClO_4 , dan 6 mL H_2SO_4 (1 + 1). Uapkan sampai berasap putih yang tebal dan lanjutkan pemanasan sampai volume larutan tinggal kira-kira 2,5 ml. Asam fluorida harus keluar sempurna, demikian ini mencegah terhidrolisisnya niobium dalam pengendapan berikutnya. Jika asam neobat terpisah, tambahkan 1 mL H_2SO_4 dan lanjutkan pemanasan selama 1 sampai 2 menit. Dinginkan cawan dan pindahkan isinya ke gelas kimia 400 mL dengan

sekitar 200 mL HCl (1 + 49) panas. Bersihkan cawan dengan kertas saring yang dibasahi dengan HCl (1 + 49), dan tambahkan kertas ke dalam larutan.

4.4.4 Ke dalam larutan (4.4.3) tambahkan 50 mL H_2SO_4 . Didihkan larutan selama 10 menit dan tambahkan bubuk kertas, dan hangatkan larutan pada suhu 65-70°C untuk sekitar 15 menit, atau sampai larutan di atas endapan (supernatan) jernih. Saring dengan kertas saring besar yang mengandung bubuk kertas. Cuci dengan HCl (1 + 49).

4.4.5 Pindahkan kertas ke dalam 30 mL cawan platina atau 50 mL pinggan platina dan arangkan kertas dengan pemanasan rendah. Lalu pijarkan dalam tungku pada suhu 1000 - 1050°C sampai beratnya konstan (biasanya sekitar 15 menit). Dinginkan di dalam sebuah eksikator dan timbang sebagai Nb_2O_5 .

4.4.6 Perhitungan

Hitung kadar neobium :

$$\text{Neobium, \%} = \frac{(a \times 0,699)}{B} \times 100$$

Keterangan :

A = berat Nb_2O_5 , gram

B = berat contoh, gram

Pemisahan Niobium dan tantalium.

4.4.7 Bila diinginkan, kandungan Niobium yang dapat ditentukan dengan mereduksi di dalam Reduktor Jones kemudian titrasi dengan 0,05 N larutan KMnO_4 , seperti dijelaskan dalam 4.4.8 sampai 4.5.

4.4.8 Tambahkan 0,0500 g TiO_2 dan 2 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ dalam oksidasi dalam cawan platina. Panaskan perlahan sampai residu lebur. Dinginkan lebur dan tambahkan 5 mL H_2SO_4 . Panaskan sampai leburan. Pindahkan larutan ke dalam gelas kimia 250 mL, dan bilas cawan dengan 3 kali 5 mL H_2SO_4 . Kemudian bilas cawan dengan 20 mL larutan asam sulfat-suksinat. Kocok larutan dan encerkan sampai 100 mL. Tambahkan larutan KMnO_4 sampai warna merah muda tidak berubah dilewatkan larutan ke dalam Reduktor Jones.

4.4.9 Jika reduktor belum digunakan lewatkan 100 ml H_2SO_4 (5 + 95) hangat (40 - 50°C) dan kemudian lewatkan sejumlah air, dan buang larutan pencuci.

bungkan labu dengan reduktor sampai ujung reduktor tercelup di dalam larutan. Buka kran, jaga seng di atas reduktor menjadi kering, untuk beberapa saat, lewatkan melalui reduktor dengan bergantian 150 mL Asam sulfat-asam suksinat hangat (70°C), larutan Niobium hangat (60°C), 100 mL larutan asam sulfat-suksinat hangat, dan tiga kali 50 mL air panas, tutup kran dengan air tepat merendam.

4.4.10 Dinginkan labu dan larutan dalam air es atau dengan penambahan kubus es yang terbuat dari air suling. Pindahkan larutan ke dalam gelas kimia 800 mL, tambahkan 2 tetes larutan indikator orthophenanthroline kompleks ferro, dan titrasi dengan larutan KMnO_4 0,05 N sampai warna merah hilang.

4.4.11 Blanko. Buat penentuan blangko melebur campuran 0,0500 g TiO_2 dengan 3 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, larutkan leburan dalam larutan asam sulfat-suksinat, lewatkan larutan menembus reduktor, selanjutnya ikuti prosedur yang sama tepat dengan yang digunakan untuk analisis.

4.5 Perhitungan

Hitung kadar Niobium dan tantalum :

$$\text{Niobium, \%} = \frac{(A - B) C \times 0,0465}{D} \times 100$$

$$\text{Tantalum, \%} = \frac{(E - 1,43 F) \times 0,819}{D} \times 100$$

Keterangan :

A = volume KMnO_4 yang diperlukan untuk mentitrasi contoh, mL

B = volume KMnO_4 yang diperlukan untuk mentitrasi blangko, mL

C = normalitas larutan KMnO_4 contoh

D = berat contoh yang digunakan, gram

E = berat hasil oksidasi yang dibuat, gram

F = berat Niobium yang ditentukan sebagaimana dijelaskan pada 4.4.7 sampai 4.4.11.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id